

**Cara uji *Polychlorinated Biphenyls* (PCBs) dalam air
secara ekstraksi menggunakan pelarut n-heksana
dengan Kromatografi Gas-Detektor Penangkap
Elektron (KG-DPE)**



© BSN 2009

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Manggala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar isi	i
Prakata	ii
1 Ruang lingkup	1
2 Acuan normatif	1
3 Istilah dan definisi.....	1
4 Cara uji.....	2
5 Jaminan mutu dan pengendalian mutu.....	8
6 Rekomendasi.....	9
Lampiran A (informatif) Presisi dan akurasi.....	10
Lampiran B (informatif) Tabel persen CB_0	11
Lampiran C (informatif) Gambar contoh kromatogram standar PCBs.....	12
Lampiran D (informatif) Bagan alir analisis PCBs dalam contoh uji air	15
Lampiran E (informatif) Bagan alir proses <i>clean up</i> dengan cara elusi	17
Lampiran F (normatif) Pelaporan.....	18
Tabel A.1 – Persen standar deviasi relatif dan persen temu balik.....	10
Tabel A.2 – <i>Minimum Detection Limit</i> (MDL)	10
Tabel B.1 – Persen (%) CB_0 untuk kolom <i>packing</i> OV-17	11
Tabel C.1 – Konsentrasi PCBs dalam contoh uji air dengan menggunakan kolom <i>packing</i> OV-17	14
Gambar 1 – Program pengkondisian suhu pada kolom kapiler.....	4

Prakata

Dalam usaha untuk menyeragamkan teknik pengujian kualitas air maka dibuatlah Standar Nasional Indonesia (SNI) untuk pengujian parameter-parameter kualitas air.

SNI tentang cara uji *Polychlorinated Biphenyls* (PCBs) dalam air secara ekstraksi menggunakan pelarut n-heksana dengan kromatografi gas-detektor penangkap elektron (KG-DPE) ini dirumuskan dan diuji coba di laboratorium pengujian dalam rangka validasi metode serta telah dikosensuskan oleh Sub Panitia Teknis 13-03-S3, *Pengujian Bahan Berbahaya dan Beracun* (B3) dari Panitia Teknis 13-03, *Kualitas Lingkungan dan Manajemen Lingkungan* dengan pihak terkait.

SNI ini telah disepakati dan disetujui dalam rapat konsensus dengan peserta rapat yang mewakili produsen, konsumen, ilmuwan, instansi dan pemerintah terkait pada tanggal 28 September 2006 di Jakarta. SNI ini telah melalui tahap jajak pendapat pada tanggal 23 Juli 2007 sampai dengan 23 September 2007. Kemudian SNI ini telah melalui tahap pemungutan suara pada tanggal 8 Juli 2009 sampai dengan 8 September 2009, dengan hasil akhir disetujui menjadi SNI.



**Cara uji *Polychlorinated Biphenyls* (PCBs) dalam air
secara ekstraksi menggunakan pelarut n-heksana
dengan Kromatografi Gas-Detektor Penangkap Elektron (KG-DPE)**

1 Ruang lingkup

Standar ini digunakan untuk penentuan kadar PCBs dalam air secara ekstraksi menggunakan pelarut aseton:n-heksana (1:1) dengan Kromatografi Gas-Detektor Penangkap Elektron (KG-DPE). Standar ini digunakan untuk menentukan parameter PCBs dengan kisaran kadar minimal 4 sampai 1000 kali MDL (lihat Lampiran A).

2 Acuan normatif

Japan Industrial Standard, K0093, 2002, *Testing method for polychlorobiphenyl in industrial water and wastewater*

US EPA SW 846-8082, 1996, *Polychlorinated Biphenyls (PCBs) by gas chromatography*

3 Istilah dan definisi

3.1 PCBs

senyawa aromatik yang terdiri dari struktur *biphenyl* dengan dua cincin benzena yang beberapa atau semua atom hidrogen diganti dengan atom klor

3.2 larutan induk

larutan baku kimia yang dibuat dengan kadar tinggi dan akan digunakan untuk membuat larutan baku dengan kadar yang lebih rendah

3.3 larutan induk PCBs

larutan yang mempunyai kadar 1000 µg PCBs/mL

3.4 larutan baku PCBs

larutan induk PCBs yang diencerkan dengan n-heksana sampai diperoleh kadar 100 µg PCBs/mL; 10 µg PCBs/mL dan 1 µg PCBs/mL

3.5 persen (%) CB₀

tetapan nilai sesuai dengan jenis kolom yang di gunakan, untuk keperluan konversi perhitungan konsentrasi contoh uji terhadap larutan standar yang digunakan

3.6 konstanta (K)

tetapan nilai yang dihitung dengan membagi persen (%) CB₀ standar terhadap luas area standar

3.7

spike matrix

contoh uji yang diperkaya dengan larutan baku dengan kadar tertentu

3.8

Certified Reference Material (CRM)

bahan standar bersertifikat yang tertelusur ke sistem nasional atau internasional

3.9

repiteabilitas atau keterulangan pembacaan (*repeatability*)

kedekatan dari hasil pengujian atau pengukuran berturut-turut atas contoh atau besaran ukur yang sama yang dilakukan pada kondisi pengujian atau pengukuran yang sama

3.10

reprodusibilitas atau ketertiruan (*reproducibility*)

kedekatan dari hasil pengujian atau pengukuran atas contoh atau besaran ukur yang sama yang dilakukan pada kondisi pengujian atau pengukuran yang berbeda

3.11

akurasi atau ketepatan

kedekatan suatu hasil pengujian atau rata-rata hasil pengujian ke nilai yang sebenarnya

3.12

presisi atau ketelitian

tingkat kedapat-ulangan suatu rangkaian hasil pengujian diantara hasil-hasil itu sendiri

3.13

kemurnian tinggi

bahan kimia dengan spesifikasi *for residu analysis*

4 Cara uji

4.1 Prinsip

Senyawa PCBs dalam contoh uji air diekstrak dengan pelarut organik aseton:n-heksana (1:1), kemudian *clean up*, hasil *clean up* dipekatkan dan selanjutnya disuntikkan ke dalam KG-DPE. Luas area yang dihasilkan sebanding dengan konsentrasi PCBs dalam contoh uji air.

4.2 Bahan

- aseton (CH_3COCH_3) p.a;
- aseton (CH_3COCH_3) kemurnian tinggi;
- n-heksana (C_6H_{14}) p.a;
- n-heksana (C_6H_{14}) kemurnian tinggi;
- kalium hidroksida (KOH);
- etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) kemurnian tinggi;
- larutan campuran KOH-etanol 7 %;
larutan ini dibuat dengan cara melarutkan 35 g KOH dengan 500 mL etanol;
- asam sulfat (H_2SO_4) pekat;
- air suling;
- serbuk natrium sulfat anhidrat (Na_2SO_4);

- k) serbuk silika gel untuk kolom kromatografi 80 mesh - 100 mesh yang telah diaktifkan:
 - tempatkan serbuk silika gel dalam gelas piala sesuai dengan jumlah yang dibutuhkan dengan ketebalan ± 1 cm;
 - panaskan dalam oven pada suhu 130 °C selama ± 18 jam;
 - dinginkan dalam desikator.
- l) gas helium (He) UHP (*Ultra High Pure*) 99,9995 % sebagai *carrier*; dan
- m) *glass wool* atau kapas bebas lemak (yang telah dicuci dengan n-heksana).

4.3 Peralatan

- a) Kromatografi Gas-Detektor Penangkap Elektron (KG-DPE);
- b) timbangan analitik mikro dengan ketelitian sampai 0,00001 g (bila standar berbentuk serbuk);
- c) pengocok (*shaker*);
- d) pipet *Pasteur*;
- e) perangkat refluks;
- f) penangas air;
- g) pemekat sistem vakum (*rotary evaporator*) atau *Kuderna-Danish* (KD);
- h) tabung reaksi yang berskala dan bertutup atau labu ukur 10,0 mL;
- i) vial bertutup teflon 1 mL dan 2 mL;
- j) labu penguap (*pearshape*) atau yang sejenis berleher asah 300 mL;
- k) corong pemisah 250 mL dan 2000 mL;
- l) jarum suntik (*micro syringe*) dengan ukuran 10,0 μ L; 50,0 μ L; 100,0 μ L dan 500,0 μ L;
- m) gelas ukur bertutup 50 mL; 100 mL dan 1000 mL;
- n) gelas piala 100 mL dan 1000 mL;
- o) batang pengaduk;
- p) spatula;
- q) statif;
- r) oven;
- s) desikator;
- t) kolom *packing* (OV-17) yang berisi 1,5 % - 5,0 % *on chromosorb W AW/DMCS* atau kolom kapiler yang berisi 5 % *phenyl-methylpolysiloxane* dengan panjang 30 m diameter dalam 0,25 mm atau 0,32 mm atau 35 % *phenyl-methylpolysiloxane* atau yang sejenis dengan panjang 30 m diameter dalam 0,25 mm;
- u) kolom gelas kromatografi (untuk *clean up*) dengan panjang 30 cm dan diameter dalam 1 cm; dan
- v) pipet volumetrik 1,0 mL.

CATATAN Semua peralatan gelas yang akan digunakan harus direndam dengan deterjen bebas fosfat, selanjutnya dibilas dengan air suling dan dikeringkan. Kemudian dibilas dengan aseton p.a dan n-heksana p.a masing-masing 3 kali. Biarkan peralatan gelas sampai kering dan siap untuk digunakan.

4.4 Persiapan dan pengawetan contoh uji

Metode pengambilan contoh uji dengan tahapan sebagai berikut:

- a) Ambil contoh uji sesuai dengan metode pengambilan contoh uji air yang sudah standar.
- b) Bila belum akan dianalisis, awetkan contoh uji pada suhu 4 °C dengan waktu penyimpanan maksimal 7 hari.
- c) Jika sudah dilakukan ekstraksi, simpan dalam kondisi gelap, awetkan contoh uji pada suhu 4 °C dengan waktu penyimpanan maksimal 40 hari.

4.5 Persiapan peralatan

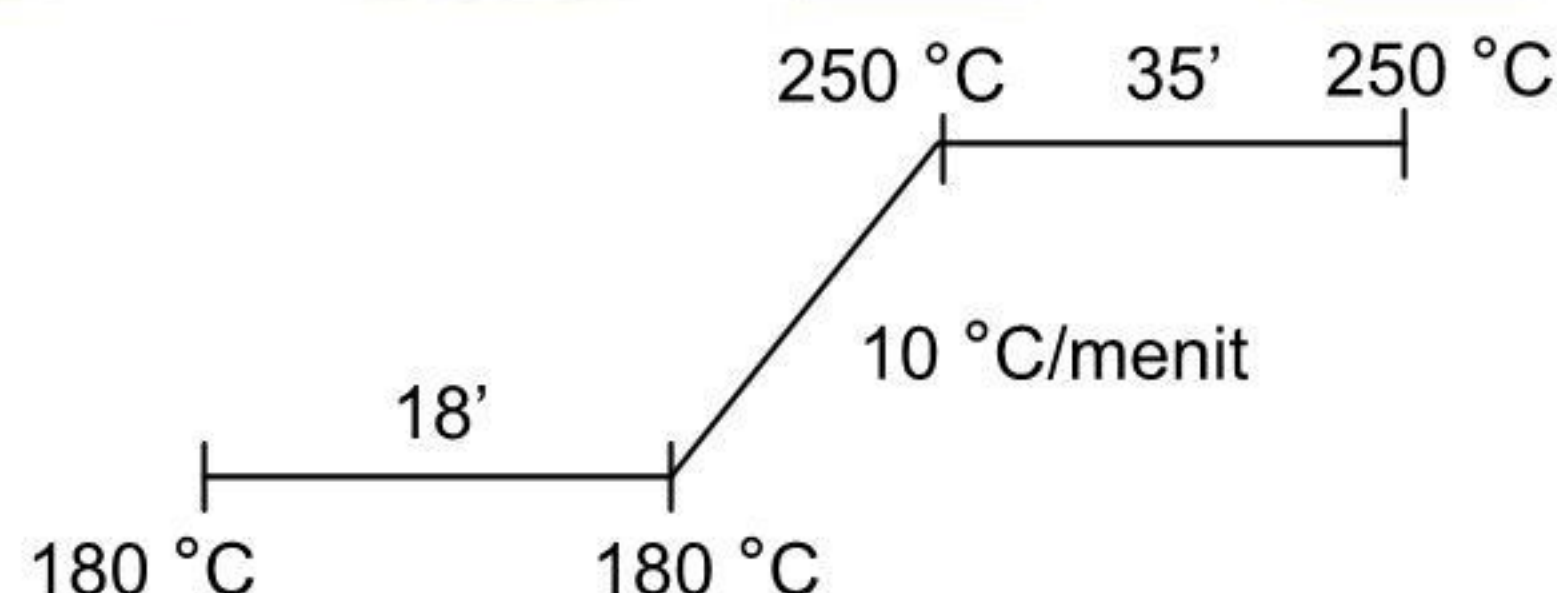
Pengkondisian kromatografi gas

- a) Kolom *packing* OV-17 yang berisi 1,5 % - 5,0 % *on chromosorb W AW/DMCS* dengan kondisi sebagai berikut:

Suhu kolom	:	185 °C
Suhu injektor	:	200 °C
Suhu detektor	:	280 °C
Gas pembawa	:	Nitrogen (N ₂) UHP (99,9995 %) dengan kecepatan alir gas pembawa: 20 mL/menit
Mode	:	<i>splitless</i> (<i>Splitless</i> adalah mode untuk penyuntikan contoh uji ke dalam alat kromatografi gas)
Volume injeksi	:	5 µL

- b) Kolom kapiler :

Suhu awal	:	180 °C selama 18 menit
Kenaikan	:	10 °C/menit
Suhu akhir	:	250 °C selama 35 menit
Suhu injektor	:	280 °C
Suhu detektor	:	350 °C
Gas pembawa	:	Nitrogen (N ₂) UHP (99,9995 %) dengan kecepatan alir gas pembawa: 3 mL/menit atau Helium (He) UHP (99,9995 %) dengan kecepatan alir gas pembawa: 2-3 mL/menit
Mode	:	<i>splitless</i> (<i>Splitless</i> adalah mode untuk penyuntikan contoh uji ke dalam alat kromatografi gas)
Volume injeksi	:	2 µL



Gambar 1 - Program pengkondisian suhu pada kolom kapiler

CATATAN Kondisi operasional mengacu pada petunjuk penggunaan kolom kapiler sampai diperoleh resolusi yang optimal.

4.6 Persiapan pengujian

Untuk penentuan senyawa PCBs dalam air, digunakan larutan standar campuran semua standar dengan konsentrasi 1 µg PCBs/mL dengan langkah-langkah sebagai berikut:

4.6.1 Pembuatan larutan induk 1000 µg PCBs/mL

- Siapkan 4 labu ukur atau tabung reaksi 10 mL.
- Timbang dengan tepat 0,0100 g masing-masing standar PCBs dan masukkan kedalam masing-masing tabung reaksi.

- c) Tepatkan 10 mL dengan n-heksana ke dalam masing-masing tabung reaksi atau labu ukur kemudian kocok hingga homogen.
- d) Simpan pada suhu tidak lebih dari 4 °C.

4.6.2 Pembuatan larutan baku 100 µg PCBs/mL

- a) Larutan ini dibuat dari langkah 4.6.1 dengan melakukan pengenceran 10 kali larutan induk 1000 µg PCBs/mL dengan menggunakan pelarut n-heksana.
- b) Simpan pada suhu tidak lebih dari 4 °C.

4.6.3 Pembuatan larutan baku campuran 10 µg PCBs/mL

- a) Larutan ini dibuat dari langkah 4.6.2 dengan melakukan pengenceran 10 kali larutan baku 100 µg PCBs/mL dengan menggunakan pelarut n-heksana.
- b) Simpan pada suhu tidak lebih dari 4 °C.

4.6.4 Pembuatan larutan kerja campuran 1 µg PCBs/mL

- a) Larutan ini dibuat dari langkah 4.6.3 dengan melakukan pengenceran 10 kali larutan baku 10 µg PCBs/mL dengan menggunakan pelarut n-heksana.
- a) Simpan pada suhu tidak lebih dari 4 °C.

4.7 Prosedur

4.7.1 Ekstraksi

- a) Siapkan corong pisah 2000 mL.
- b) Ambil 1000 mL contoh uji air, masukkan ke dalam corong pisah 2000 mL.
- c) Tambahkan 50 mL aseton dengan kemurnian tinggi dan 50 mL n-heksana dengan kemurnian tinggi.
- d) Kocok selama 10 menit.
- e) Pisahkan lapisan n-heksana dari lapisan air dengan cara menampung lapisan air ke dalam gelas piala 1000 mL.
- f) Ulangi langkah 4.7.1.c) sampai e) sebanyak 2 kali.
- g) Gabungkan lapisan n-heksana pada langkah 4.7.1.e) dengan 4.7.1.f).
- h) Pekatkan n-heksana dengan menggunakan pemekat sistem vakum pada suhu kurang dari 35 °C atau *Kuderna Danish* sampai volume ± 5 mL.
- i) Pindahkan ke dalam labu penguap (*pearshape*) atau yang sejenis berleher asah 300 mL.
- j) Tambahkan 50 mL larutan campuran (KOH:etanol) 7 % ke dalam lapisan n-heksana.
- k) Hubungkan dengan kondensor kemudian refluks di penangas air mendidih selama 1 jam dan didinginkan mendekati suhu 50 °C.
- l) Tambahkan 50 mL n-heksana dengan kemurnian tinggi.
- m) Kocok, kemudian diamkan pada suhu kamar.
- n) Pindahkan ke dalam corong pemisah 250 mL.
- o) Bilas labu penguap dengan n-heksana secukupnya dan masukkan ke dalam corong pemisah pada langkah 4.7.1.n).
- p) Tambahkan 25 mL air suling, lalu kocok selama 10 menit.
- q) Tambahkan 20 mL n-heksana dengan kemurnian tinggi.
- r) Diamkan sampai terbentuk 2 lapisan yaitu lapisan n-heksana dan air kemudian pisahkan lapisan n-heksana dari lapisan air.
- s) Ulangi langkah 4.7.1 q) dan r) sebanyak 2 kali.
- t) Gabungkan semua lapisan n-heksana pada langkah 4.7.1.r) dan 4.7.1.s).
- u) Tambahkan 100 mL air suling dan 2 mL H₂SO₄ pekat kemudian kocok. Diamkan sampai terbentuk 2 lapisan dan buang lapisan air.

- v) Tambahkan 100 mL air suling dan kocok. Diamkan sampai terbentuk dua lapisan dan buang lapisan air. Lakukan langkah ini sebanyak 3 kali.
- w) Tambahkan serbuk Na_2SO_4 anhidrat secukupnya ke dalam lapisan n-heksana sampai semua air yang ada terikat.

CATATAN Penambahan Na_2SO_4 anhidrat sudah cukup bila larutan sudah jernih atau tidak keruh atau serbuk Na_2SO_4 anhidrat tidak seperti bubur.

- x) Pindahkan secara kuantitatif n-heksana ke dalam labu penguap 300 mL.
- y) Pekatkan n-heksana dengan menggunakan pemekat sistem vakum pada temperatur kurang dari 35 °C atau *Kuderna Danish* sampai volume ± 5 mL.
- z) Lakukan proses *clean up*.

4.7.2 Proses *clean up*

4.7.2.1 Proses persiapan kolom kromatografi

- a) Siapkan kolom kromatografi.
- b) Masukkan *glass wool* atau kapas bebas lemak yang telah dibasahi dengan n-heksana ke dalam dasar kolom kromatografi.
- c) Masukkan n-heksana ke dalam kolom kromatografi sampai setengah panjang kolom.
- d) Timbang ± 3 g silika gel yang telah diaktifkan di dalam gelas piala 100 mL, tambahkan ± 10 mL n-heksana dan aduk rata.

CATATAN Masukkan silika gel ke dalam kolom kromatografi secara hati-hati untuk menghindari terjadinya gelembung udara. Pelarut n-heksana harus berada di atas silikagel.

- e) Masukkan serbuk natrium sulfat anhidrat diatas silika gel setinggi ± 1 cm.
- f) Cuci kolom kromatografi yang telah berisi silika gel tersebut dengan n-heksana hingga didapat aliran yang stabil, tutup cerat, sisakan n-heksana secukupnya hingga kolom tidak boleh mengering.

4.7.2.2 Proses *clean up* dengan cara elusi

- a) Turunkan lapisan n-heksana di dalam kolom, kemudian tutup cerat.
- b) Siapkan labu penguap 300 mL sebagai penampung dan letakkan di bawah kolom silika gel (kolom kromatografi).
- c) Masukkan n-heksana yang berisi contoh uji dari langkah 4.7.1.z) ke dalam kolom silika gel.
- d) Buka cerat dan tunggu sampai larutan n-heksana yang mengandung contoh uji mengalir dengan kecepatan alir 20 tetes/menit ke dalam labu penguap.
- e) Hentikan sampai tepat diatas lapisan natrium sulfat anhidrat.
- f) Masukkan secara bertahap 100 mL larutan elusi n-heksana dengan kemurnian tinggi, alirkan dengan kecepatan alir 20 tetes/menit.
- g) Pekatkan hasil elusi tersebut sampai volume ± 1 mL dengan menggunakan pemekat sistem vakum pada suhu lebih kecil dari 35 °C atau *Kuderna-Danish*.
- h) Pindahkan ke dalam tabung reaksi 10 mL.
- i) Bilas labu penguap dengan n-heksana, kemudian hasil bilasan dimasukkan ke dalam tabung reaksi berskala di atas (lakukan minimal 2 kali).
- j) Pekatkan volume menjadi 2 mL dengan aliran gas nitrogen.

4.8 Pengukuran dan perhitungan

Lakukan pengukuran secara bertahap untuk larutan blanko, larutan standar dan larutan contoh uji dengan langkah sebagai berikut:

- a) Optimalkan alat Kromatografi Gas-Detektor Penangkap Elektron (KG-DPE).
- b) Suntikkan larutan blanko (volume yang disuntikkan sama dengan volume standar dan contoh uji yang disuntikkan).
- c) Suntikkan masing-masing larutan baku *congener* PCBs 1 µg/mL (volume yang disuntikkan tergantung pada kepekaan alat).
- d) Suntikkan larutan contoh uji dari butir 4.7.2.2.j).
- e) Bandingkan pola kromatogram dan waktu retensi yang dihasilkan larutan blanko dan larutan contoh uji dengan pola kromatogram dan waktu retensi yang dihasilkan dari masing-masing larutan standar yang disuntikkan.
 - 1) Apabila dihasilkan pola kromatogram contoh uji yang serupa dengan salah satu kromatogram standar maka lakukan analisis kuantitatif berdasarkan pola kromatogram tersebut.
 - 2) Apabila dihasilkan pola kromatogram contoh uji yang tidak serupa dengan salah satu pola kromatogram, perlu dilakukan *clean up* kembali dan disuntikkan kembali.
 - 3) Apabila pola kromatogram yang dihasilkan tetap tidak serupa, maka hasil pengujian PCBs dalam contoh uji negatif.
- f) Catat area masing-masing larutan yang disuntikkan secara berurutan berdasarkan waktu retensi.
- g) Apabila dihasilkan pola kromatogram yang sama dengan kromatogram standar, maka dilakukan analisa kuantitatif dengan cara sebagai berikut:
 - 1) Apabila menggunakan kolom *packing* OV-17 lakukan perhitungan dengan rumus sebagai berikut:

Hitung K dengan rumus:

$$K = \frac{\% \text{ CB}_0}{\text{Area standar}} \quad (1)$$

Keterangan:

K adalah konstanta;

% CB₀ adalah tetapan dari standar berdasarkan jenis kolom *packing* yang dipakai (lihat lampiran B)

Hitung CB contoh uji dengan rumus yang tertera di bawah:

$$\text{CB contoh uji} = K \times \text{area contoh uji} \quad (2)$$

Hitung % CB contoh uji dengan rumus yang tertera di bawah:

$$\% \text{ CB contoh uji} = \frac{\text{CB contoh uji}}{\text{total CB contoh uji}} \times 100 \quad (3)$$

Hitung konsentrasi PCBs dengan rumus sebagai berikut:

$$\text{Konsentrasi PCBs } (\mu\text{g/mL}) = A \times \frac{B}{C} \times \frac{D}{E} \times \frac{F}{G} \quad (4)$$

Keterangan:

- A adalah kadar PCBs standar yang diinjeksikan ($\mu\text{g PCBs/mL}$);
- B adalah volume standar yang diinjeksikan (μL);
- C adalah volume contoh uji yang diinjeksikan (μL);
- D adalah total % CB contoh uji yang di dapat;
- E adalah total % CB₀ standar PCB;
- F adalah volume akhir contoh uji (mL);
- G adalah volume contoh uji yang di analisis (mL).

- 2) Apabila menggunakan kolom kapiler, maka konsentrasi PCBs dihitung dengan rumus sebagai berikut:

$$\text{Konsentrasi PCBs } (\mu\text{g/mL}) = A \times \frac{B}{C} \times \frac{D}{E} \times \frac{F}{G} \quad (5)$$

Keterangan:

- A adalah kadar PCBs standar yang diinjeksikan ($\mu\text{g PCBs/mL}$);
- B adalah volume standar yang diinjeksikan (μL);
- C adalah volume contoh uji yang diinjeksikan (μL);
- D adalah total area contoh uji yang di dapat;
- E adalah total area standar PCB;
- F adalah volume akhir contoh uji (mL);
- G adalah volume contoh uji yang di analisis (mL).

5 Jaminan mutu dan pengendalian mutu

5.1 Jaminan mutu

- a) Gunakan bahan kimia berkualitas murni (p.a) dan yang mempunyai kemurnian tinggi.
- b) Gunakan seluruh peralatan yang terbuat dari gelas.
- c) Gunakan peralatan yang bebas kontaminan.
- d) Gunakan alat ukur yang terkalibrasi.
- e) Dikerjakan oleh analis yang kompeten.

5.2 Pengendalian mutu

- a) Lakukan analisis blanko, dengan langkah sebagai berikut:
 - 1) ambil 50 mL KOH-etanol, masukkan ke dalam labu penguap 300 mL;
 - 2) kemudian lakukan langkah pada butir 4.7.1 c) sampai dengan 4.7.1 z) dan lakukan proses *clean up*.
- b) Kadar dalam larutan blanko harus lebih kecil dari batas deteksi.

6 Rekomendasi

Kontrol akurasi

- a) Lakukan analisis duplo per *batch* (1 *batch* maksimal 10 contoh uji) untuk kontrol ketelitian analisis. Perbedaan hasil pengukuran duplo lebih kecil atau sama dengan 40 %.
- b) Lakukan pengukuran *spike matrix* dengan cara sebagai berikut:
 - 1) Siapkan 3 buah corong pisah 2000 mL;
 - 2) Masukkan 1000 mL contoh uji ke dalam corong pisah 2000 mL;
 - 3) Ambil dengan menggunakan *micro syringe* 0,2 mL larutan baku campuran PCBs 1 µg/mL ke dalam masing-masing corong pisah;
 - 4) Selanjutnya lakukan langkah pada langkah 4.7.1.c) sampai dengan z) dan lakukan proses *clean up*.

Hitung persen temu balik sebagai berikut:

$$R = \frac{As - A}{S} \times 100 \% \quad (6)$$

Keterangan:

- R adalah persen temu balik (%);
 As adalah kadar contoh uji yang di *spike* (µg/mL);
 A adalah kadar contoh uji yang tidak di *spike* (µg/mL);
 S adalah kadar standar yang ditambahkan (*target value*) (µg/mL).

- c) Kisaran persen temu balik untuk *spike matrix* adalah 60 % - 140 %.
- d) Buat kartu kendali (*control chart*).

Lampiran A
(informatif)
Presisi dan akurasi

Validasi metode cara uji PCBs dalam contoh uji air dengan ekstraksi menggunakan pelarut n-heksana aseton (1:1) secara Kromatografi Gas Detektor Penangkap Elektron (KG-DPE) telah dilakukan oleh 4 (empat) orang analis, dari satu laboratorium dengan waktu yang berbeda, memberikan simpangan baku relatif (standar deviasi relatif atau % RSD) dan persen temu balik (% R) sebagai berikut:

Tabel A.1 - Persen standar deviasi relatif dan persen temu balik

No	Parameter PCBs	% RSD	% R
1	Campuran <i>Kanechlor</i> 1 µg/mL	0,045 - 5,600	73,00 - 93,93
2	<i>Kanechlor</i> (KC 300) 1 µg/mL	2,000 – 4,000	72,00 – 92,00
3	<i>Kanechlor</i> (KC 400) 1 µg/mL	2,000 – 5,000	89,00 – 90,00

Tabel A.2 - Minimum Detection Limit (MDL)

No.	Senyawa	MDL (µg/mL)	Kisaran kadar (µg/mL)	
			minimal	Maksimal
1	KC 300	0,5198	2,0792	519,80
2	KC 400	0,4533	1,8132	453,30
3	KC 500	0,7642	3,0568	764,20
4	KC 600	0,5637	2,2548	563,70

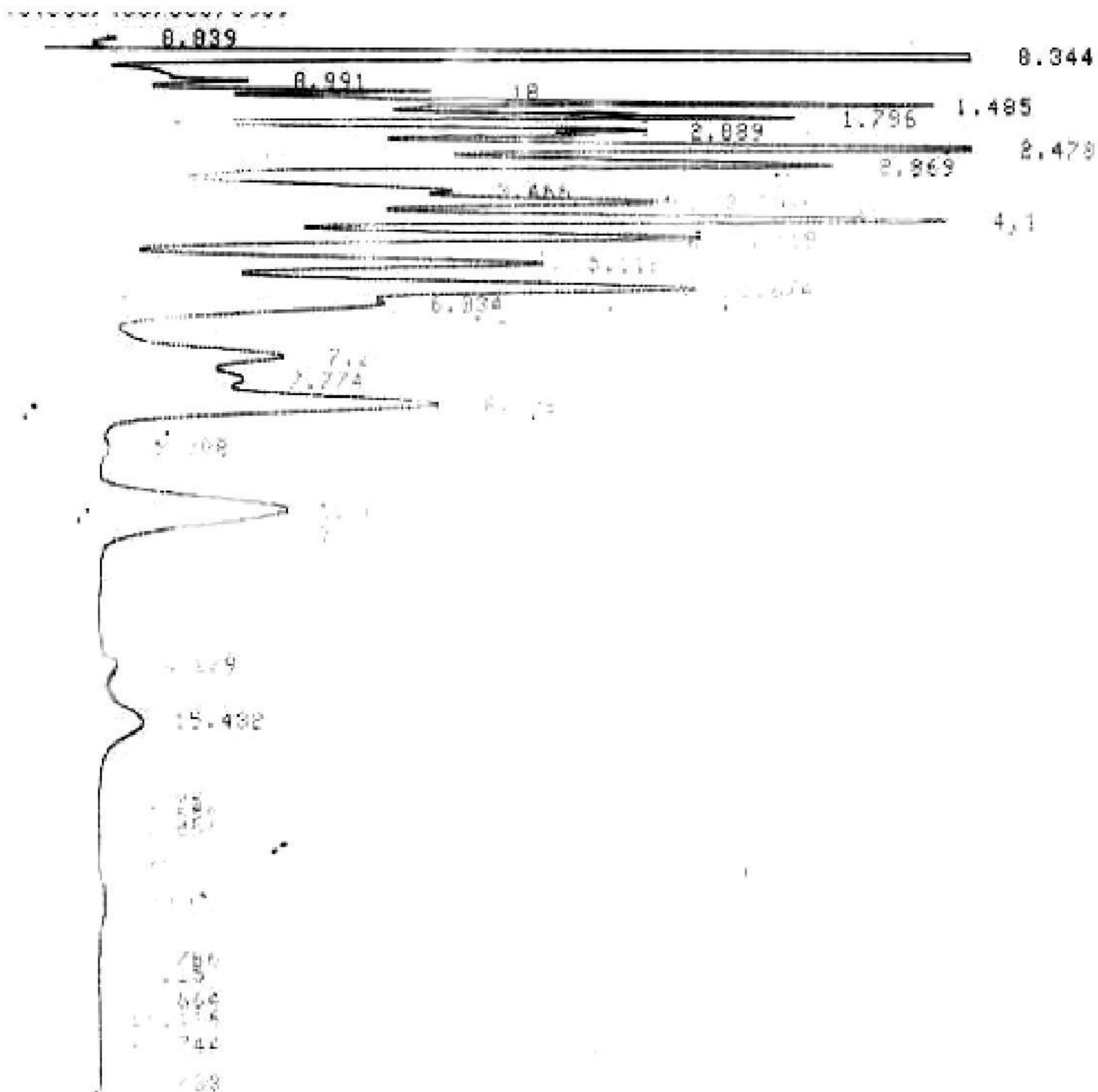
Lampiran B
(informatif)
Tabel persen CB₀

Tabel B.1 - Persen (%) CB₀ untuk kolom packing OV-17

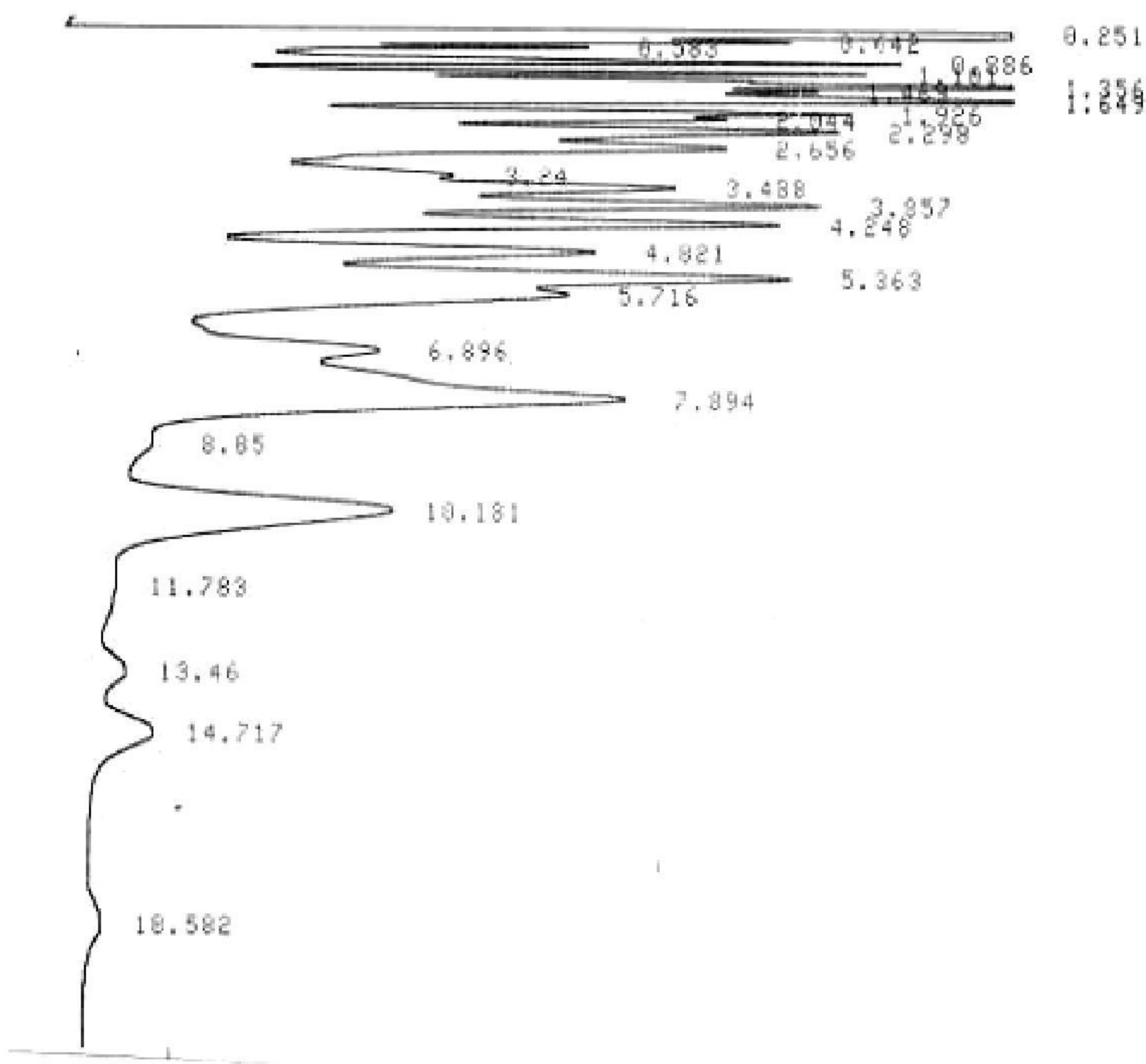
Nomor <i>peak</i> /puncak	Chlorida	% CB ₀
1	Cl ₂	1,69
2	Cl ₃	6,00
3	Cl ₃	3,17
4	Cl ₃	6,60
5	Cl ₃	2,74
6	Cl ₃	1,35
7	Cl ₃	8,62
8	Cl ₄	4,86
9	Cl ₄	2,54
10	Cl ₄	2,09
11	Cl ₄	8,65
12	Cl ₅	7,05
13	Cl ₅	0,99
14	Cl ₅	3,18
15	Cl ₅	5,42
16	Cl ₅	6,35
17	Cl ₆	4,28
18	Cl ₆	4,00
19	Cl ₆	4,75
20	Cl ₆	2,82
21	Cl ₇	0,23
22	Cl ₇	2,26
23	Cl ₇	1,57
24	Cl ₇	3,30
25	Cl ₇	0,08
26	Cl ₇	2,95
27	Cl ₈	0,28
28	Cl ₈	0,71
29	Cl ₉	0,15
Total % CB₀		98,68

Lampiran C
(informatif)
Gambar contoh kromatogram standar PCBs

C.1 Contoh kromatogram standar PCBs



C.2 Contoh kromatogram contoh uji air



Keterangan:

Kondisi Operasi GC

- Kolom *packing* OV-17 yang berisi 1,5 % - 5,0 % on chromosorb W AW/DMCS
- Program temperatur KG-DPE:
Temperatur kolom (*Initial temperature*) 185 °C
Temperatur injektor : 200 °C
Temperatur detektor : 280 °C
- Gas pembawa : Nitrogen (N₂) UHP (99,9995 %) dengan kecepatan alir gas pembawa: 20 mL/menit.
- Mode : *splitless* (*Splitless* adalah mode untuk penyuntikan contoh uji ke dalam alat kromatografi gas).
- Volume injeksi : 5,0 µL.
- Kadar standar: 0,5 µg/mL.
- Integrator
- Attenuation* : 5.
- Speed* : 7.

C.3 Tabel konsentrasi PCBs dalam contoh uji air

Tabel C.1 - Konsentrasi PCBs dalam contoh uji air dengan menggunakan kolom *packing* OV-17

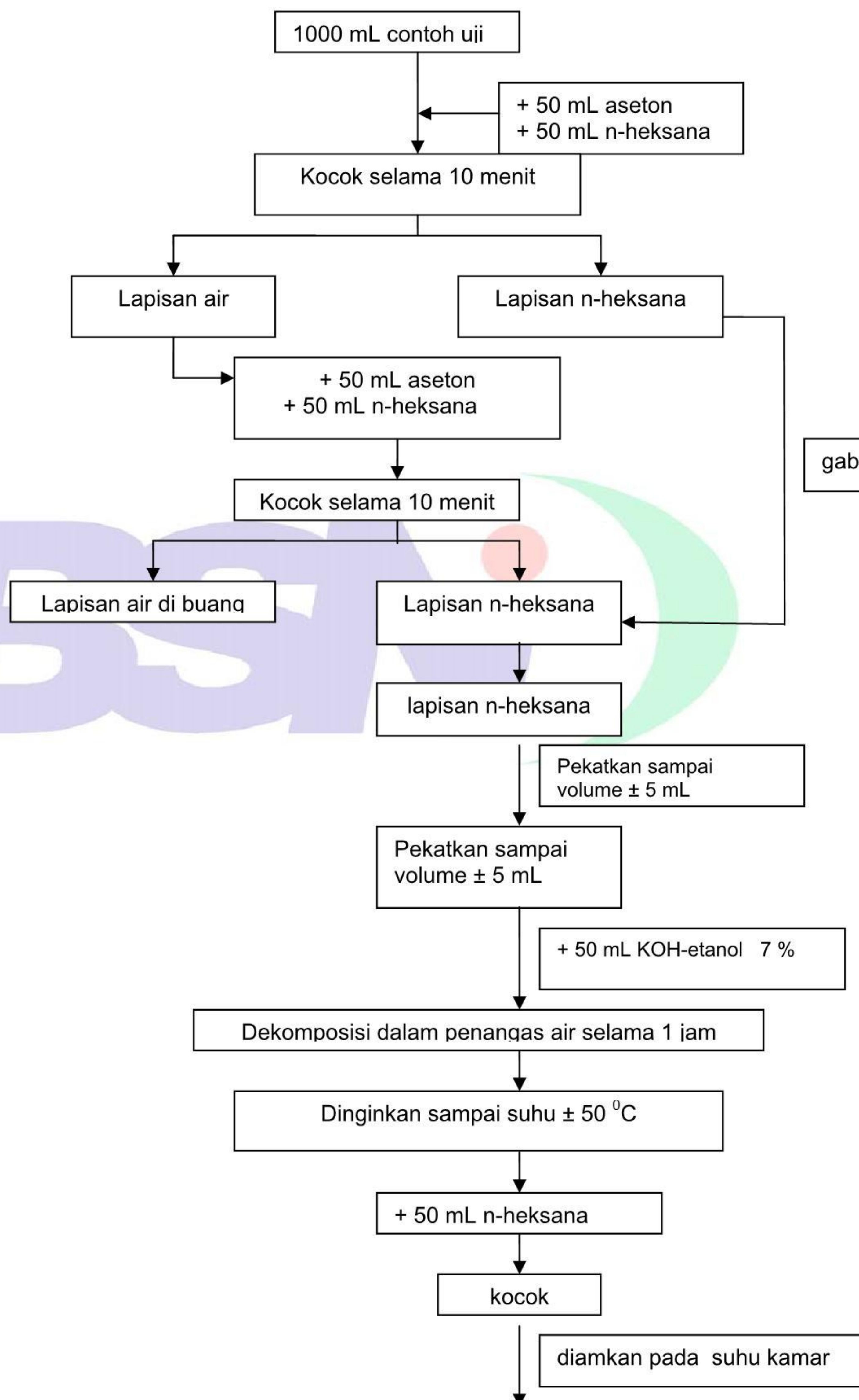
No. peak	Chlor (Cl _n)	CB0 (%)	Area (H1) area std	K (CB0 /H1)	area (H2) area contoh uji	CB2 (K x H2)	% CB Contoh uji
1	Cl ₂	1,69	0	1,69E+00		0	
2	Cl ₃	6,00	0	3,46E-05			
3		3,17	163376	4,89E-06	254217	1,24	2,85
4		6,60	173168	1,20E-05	168788	2,02	4,63
5		2,74	648338	4,35E-06	428118	1,86	4,27
6		1,35	551783	1,32E-06	132941	0,18	0,40
7	Cl ₄	8,62	630357	9,38E-06	407449	3,82	8,77
8		4,86	1022708	1,21E-05	223612	2,71	6,22
9		2,54	919023	3,64E-06	179338	0,65	1,50
10		2,09	400878	2,15E-06	431983	0,93	2,13
11		8,65	697589	1,16E-05	425466	4,96	11,37
12	Cl ₅	7,05	972445	1,07E-05	444215	4,77	10,94
13		0,99	742497	1,02E-06	399358	0,41	0,94
14		3,18	656308	6,94E-06	558425	3,88	8,89
15	Cl ₆	5,42	966133	1,28E-05	437341	5,62	12,89
16		6,35	458055	2,37E-05			0,00
17		4,28	421927	5,71E-06	367614	2,10	4,82
18		4,00	268165	1,23E-04	9256	1,10	2,61
19		4,75	749133	7,41E-06	99793	0,70	1,70
20		2,82	32493	8,68E-05	5522	0,50	1,10
21	Cl ₇	0,23	641412	3,23E-06	85758	0,30	0,64
22		2,26	0	1,26E-05			0,00
23		1,57	71213	2,20E-05	141193	3,11	7,14
24		3,30	179693	9,67E-05			0,00
25		0,08	1	8,00E-02			0,00
26		2,95	34137	8,64E-05	31284	2,70	6,20
27	Cl ₈	0,28	1	2,80E-01			
28		0,71	1	7,10E-01			
29	Cl ₉	0,15	1	1,50E-01			
total CB ₀		87,51			total CB2	43,60	99,99

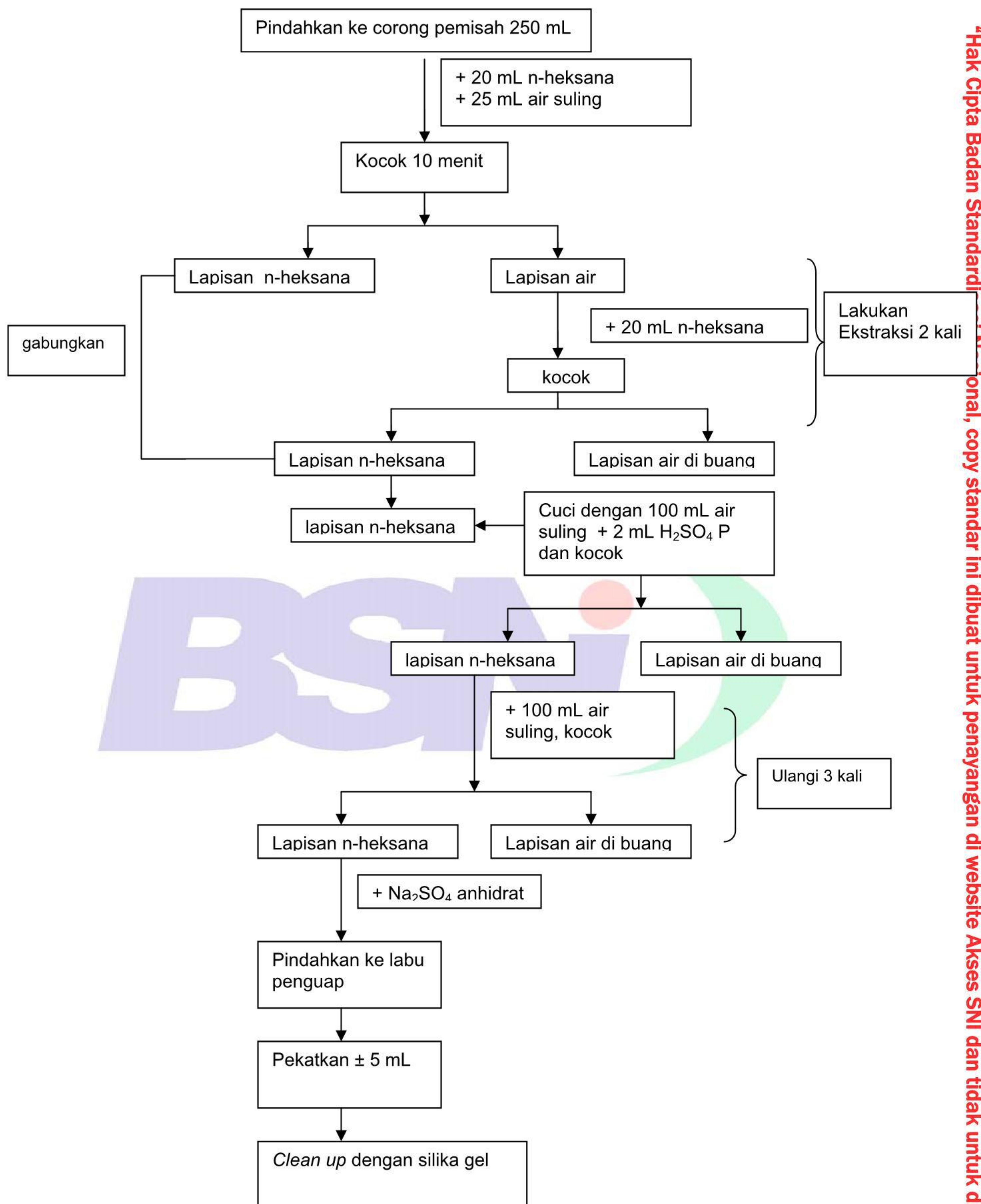
$$\begin{aligned}
 \text{Konsentrasi PCBs}(\mu\text{g/mL}) &= A \times \frac{B}{C} \times \frac{D}{E} \times \frac{F}{G} \\
 &= 0,5 \times \frac{5 \mu\text{L}}{5 \mu\text{L}} \times \frac{99,99}{87,51} \times \frac{5 \text{ mL}}{1000 \text{ mL}} \\
 &= 0,003 \mu\text{g/mL}
 \end{aligned}$$

Keterangan:

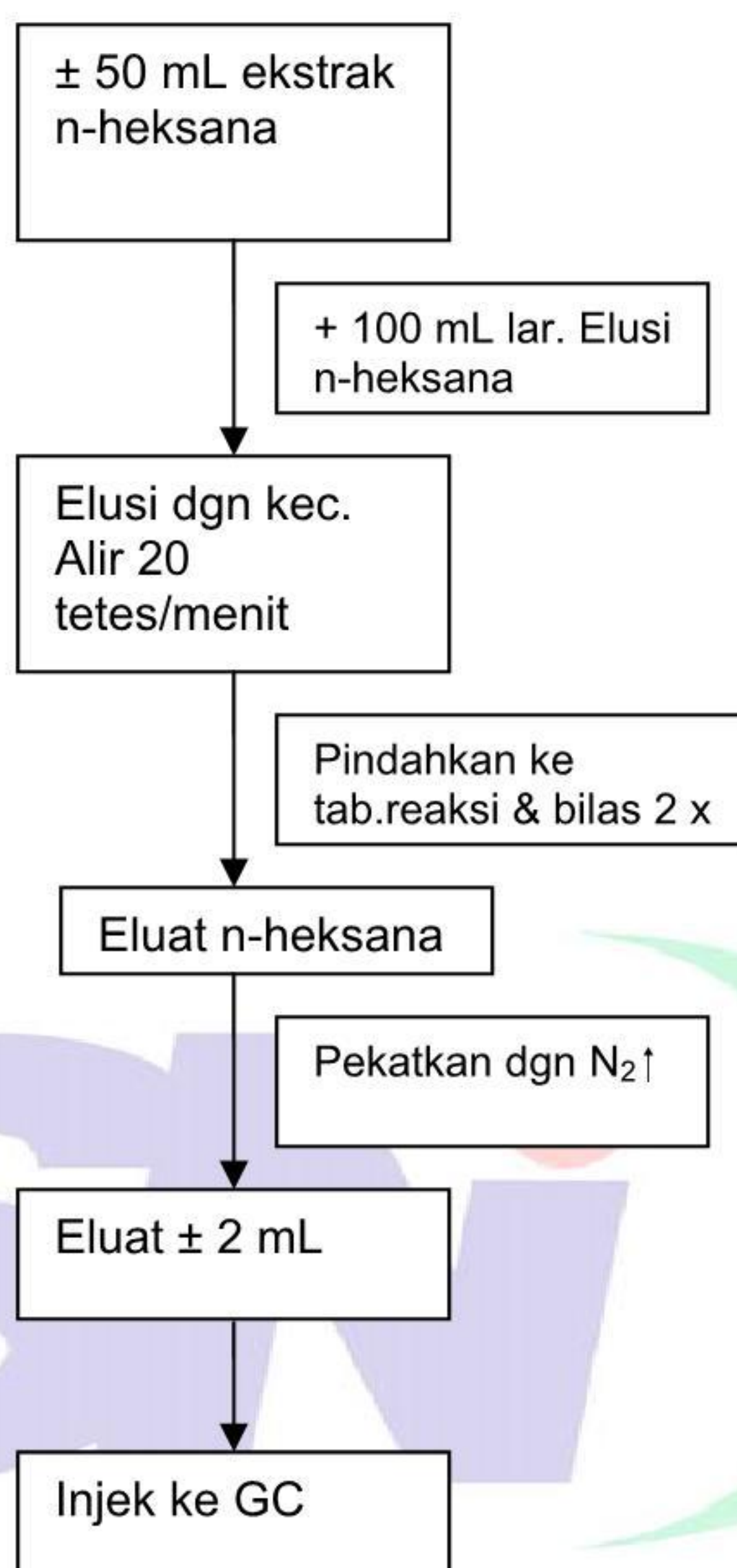
- A adalah konsentrasi standar yang di suntikan (0,5 ppm);
 B adalah volume injeksi contoh uji (μL);
 C adalah volume injeksi contoh uji (μL);
 D adalah total % CB contoh uji;
 E adalah total % CB₀;
 F adalah volume akhir (5 mL);
 G adalah volume contoh uji (1000 mL).

Lampiran D
(informatif)
Bagan alir analisis PCBs dalam contoh uji air





Lampiran E
(informatif)
Bagan alir proses *clean up* dengan cara elusi



Lampiran F
(normatif)
Pelaporan

Catat pada buku kerja hal-hal sebagai berikut:

- 1) Parameter yang dianalisis;
- 2) Nama analis;
- 3) Tanggal analisis;
- 4) Nomor contoh uji;
- 5) Tanggal penerimaan contoh uji;
- 6) Batas deteksi;
- 7) Perhitungan;
- 8) Hasil pengukuran duplo;
- 9) Hasil pengukuran blanko.
- 10) Hasil pengukuran *spike matrix*.
- 11) Kadar PCBs dalam contoh uji.







BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id